

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 62-277345

(43) Date of publication of application : 02.12.1987

(51) Int.Cl.

C07C 69/96
 C07C 68/06
 // B81J 31/12
 C07F 7/22
 C08G 63/62

(21) Application number : 61-120115

(71) Applicant : DAIGEL CHEM IND LTD

(22) Date of filing : 27.05.1986

(72) Inventor : HARANO YOSHIOUKI

(54) PRODUCTION OF DIPHENYL CARBONATE

(57) Abstract

PURPOSE: To obtain a compound useful as a raw material for synthetic resins such as polycarbonate in high selectivity, by subjecting a dialkyl carbonate and phenol to ester interchange reaction in the presence of a tin compound in high activity.

CONSTITUTION: A dialkyl carbonate shown by the formula $(R'-O)_2-CO$ (R' is 1W12C alkyl) and phenol are subjected to ester interchange reaction in the presence of a tin compound shown by the formula (R is 1W12C alkyl or aryl; X is halogen, alkoxy, carboxylate or phenolate) at 100W300° C, preferably 150W250° C to give the aimed substance. The amount of the tin compound used in the reaction solution is 0.001W1.0mol/l and the molar ratio of the dialkyl carbonate and phenol is preferably 1:1W1:10 in the reaction.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

◎日本国特許庁 (JP) ◎特許出願公開
 ◎公開特許公報 (A) 昭62-277345

◎Int.Cl.	識別記号	序内整理番号	◎公開 年和62年(1987)12月2日
C 07 C 63/98		Z-6917-4H	
// S 01 J 68/06		Z-6917-4H	
C 07 F 31/12		Z-7158-4G	
C 07 F 7/22			
C 08 G 63/62	N P U	7142-4J	審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

◎発明の名称 硫酸ジフェニルの製造方法

◎特願 昭61-120115

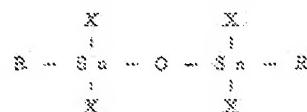
◎出願 昭61(1986)5月27日

◎発明者 原野嘉行 鎌路市余部区上余部500

◎出願人 ダイセル化学工業株式会社
堺市鉄砲町1番地

第 3 章

◎セノフカルボン酸化合物が一般式 (I)



1. 発明の名稱

硫酸ジフェニルの製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 一般式 (I)



(式中Rは炭素数1ないし12のアルキル基又はアリール基、Xはハロゲン又はアセトキシ、又はカルボキシレート、又はフェノール、又はカルボキシレートで示される過化合物の存在下。

一般式 (II)



(式中Rは炭素数1ないし12のアルキル基又はアリール基又はカルボキシル基又はフェノール又はカルボキシレートで示される過化合物の存在下。

(式中Rは炭素数1ないし12のアルキル基又はアリール基、Xはハロゲン又はアセトキシ、又はカルボキシレート、又はフェノールで示される過化合物の存在下。実験的詳細な説明

(実験上の利用分野)

この発明は後述のアルキル、炭素環状酸のカルボン酸、メタルアスチル交換反応する塩により硫酸ジフェニルを製造する方法に関するものであり、硫酸ジフェニルはポリカーボネート等合成樹脂の原料として使用され工芸的に非常に必要である。

(実験技術およびその結果)

硫酸ジアルキルをフェノールでエステル交換する反応において使用されるエステル交換

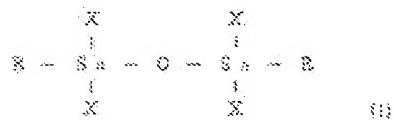
反応触媒について多くのがなされ、種々の触媒系が選択されている。例えば特開昭56-123394のアミ系、アルキル触媒、特開昭56-601703のトリアルキル銅化合物などがある。しかしそのほとんどは触媒の反応活性、あるいは目的生成物の選択性という面で問題点がある。

(発明の目的)

従って本発明の目的は、反応ジアルキルをフェノールでエステル交換反応することにより、炭酸ジフェノールを製造する方法において既に活性度及び目的生成物の選択性の高いエステル交換反応触媒を用いることにより炭酸ジフェノールの収率を容易にならしめることにある。

(発明の構成)

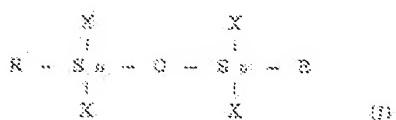
即ち、本発明は以下二段式 (II)



なるとが可能ななる炭酸ジフェノールの製造方法である。

本発明で使用する酸化合物は

(I) 式



(I) 式中 R は炭素数 1ないし 12 のアルキル基、又はアリール基、X はハロゲン又はアルカリシ、又はカルボキシレート、又はフェノールで選択する酸化合物であり、アルカリ基としては例えばメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、オクタヒドロquinone のアルキル基が好ましい。またアリール基としてはフェニル基が好ましい。又一段式(I)の X としてはヨウ、ヨリ、ヨウ素のヨウ素あるいは $-O-C_6H_5$ 、 $-O-C_6H_4$ 、 $-O-C_6H_4-NH_2$ 、 $-O-C_6H_4-OH$ 、 $-O-C_6H_4-C_6H_5$ のアルカリシ、あるいは $-OCOC_6H_5$ 、 $-OCOC_6H_4-OH$ 、 $-OCOC_6H_4-C_6H_5$ のカル

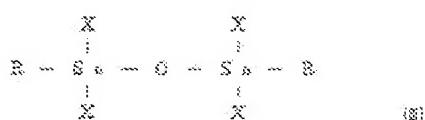
(I) 式中 R は炭素数 1ないし 12 のアルキル基、又はアリール基、X はハロゲン又はアルカリシ、又はカルボキシレート、又はフェノールで選択する酸化合物の存在下

一級式 (I)

$(R' - O)_n - CO$ (III)

(I) 式中 R' は炭素数 1ないし 10 のアルキル基で示される炭酸ジアルキルをフェノールでエステル交換反応することを特徴とする炭酸ジフェノールの製造方法。

2. 前記 1 项記載の炭酸ジフェノールの製造方法において酸化合物が、一級式 (I)



(I) 式中 R は炭素数 1ないし 12 のアルキル基、又はアリール基、X は $-O-C_6H_5$ 、又は $-OCOC_6H_5$ で示される化合物であることにより、炭酸ジアルキルのフェノールによるエステル交換反応を高活性でかつ高選択性で行

おきシレート。あるいは $-O - \textcircled{O} -$ 等のフェノール基が好ましい。

本発明で使用する酸化合物の量は反応量であるので任意で決定出来るが通常反応液中で 0.6% ～ 1.0% (wt/wt) 好ましくは 0.8% ～ 0.9% (wt/wt) で実施する。

また、本発明の方法において好ましい炭酸ジアルキルは一級式 (I)

$(R' - O)_n - CO$ (III)

(III) 式中 R' は炭素数 1ないし 10 のアルキル基で示されるアルキル基であり、炭酸ジメチル、炭酸ジエチル、炭酸ジプロピル、炭酸ジイソプロピル、炭酸ジブチル、炭酸ジオクタヒドロquinone 等である。炭酸ジアルキルをフェノールの比率は任意の比率で選えることが可能であるが好ましくはモル比で 1:1 ～ 1:10 で行う。炭酸ジアルキルをフェノールのエステル交換反応は、通常半固反応であり反応をより進行させる目的で由生成の一級醇を吸収するアルコールを連續的あるいはバッチ的に導

さて今が小説である。実際事件の外、皮肉風刺は物語の一部で、そのうえで解説していくので、物語の筋が複雑され、仕事の複雑さが強調、皮肉風刺等がより活用される。必ずしも本筋の実験例を挿入する。

《漢書》

八

2-2 種類のアルカリ性ウツの筋肉質
ヒトの2種類、即ちウメモキのS-6種類、ス
ンガル5種類、L.C.H. - 3種類($\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2)_3$)。
○ 2-3 他のウツの条件が本研究の結果を行
なうた。各個別性の強調するシナリードと
パンガル等のパラメトリズムを用いて筋肉質
肉質を測定して置いた。

スチルラムニヤと銀盤のフルーツの香料
第二種は、銀盤の香料である。

42

トスナミヤヤマガタの娘嫁を買ひて、彼女を嫁
嫁として大庭城に嫁入した。お嫁娘の嫁門地
は、今、兵庫県。

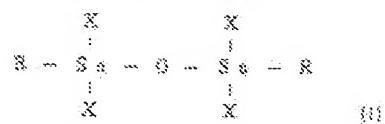
試験 条件 (O_2 濃度 %)	吸光度 (%)	吸光度 (%)		吸光度 (%)	吸光度 (%)
		標準 溶液 (%)	試験 溶液 (%)		
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{S}-\text{C}_6(\text{OCOC}_6\text{H}_4)_2\text{CO}$	3.23	2.82		8.29	9
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{S}-\text{C}_6\text{C}_6$	2.58	3.02		8.89	9
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{S}-\text{C}_6(\text{OC}_6\text{H}_4)_2\text{N}$	4.25	3.64		3.36	6
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{S}-\text{C}_6-\text{COOC}_6\text{H}_4)_2\text{CO}$	4.04	4.93		9.85	5
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{S}-\text{C}_6-\text{COOC}_6\text{H}_4)_2\text{N}$	3.93	4.83		9.98	8

三

本研究では、皮筋繊維を多く含む以外は、繊物の種類は複数もたらし、各繊物の吸水性を測定する。

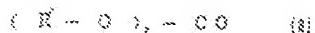
(発明の効果)

本発明は、(1)～(3)式の



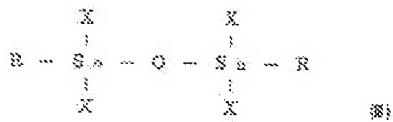
(式中Rは炭素数3ないし12のアルキル基又はアリール基、Xはメチル、又はアルキル基又はカルボキシル基、又はアセト酸基又はカルボキシルシート、又はアセトシート)で示される無機化合物の存在下、

(4)式の



(式中R'は炭素数1ないし3のアルキル基)で示される炭酸ガスを水素ガスノーブルでエスター交換反応する。

2. (1)式の



(式中Rは炭素数3ないし12のアルキル基、又はアリール基、Xは-OOCCH₃、又は

-OOCOC₂H₅)で示される無機化合物の存在下、炭酸ガスをアルカリ性フェノール性スチル交換液に通すことによりエスター交換反応を進行後下で実施することが出来、目的物の炭酸ジアルキルを高収率で得られる。

特許出願人 ダイキャル化學工業株式会社
代理人 今理士 感場 隆